

TRANSPARENT SOAP COMPOSITION**Publication number:** JP57096099**Publication date:** 1982-06-15**Inventor:** MATSUKUSUUERU EICHI POTSUPAA; ERITSUKU
JIYUNGAAMAN**Applicant:** NIYUUTOROJIINA CORP**Classification:****- international:** **C11D9/30; C11D13/00; C11D17/00; C11D9/04;
C11D13/00; C11D17/00; (IPC1-7): C11D9/30;
C11D13/00****- european:** C11D9/30; C11D17/00K**Application number:** JP19810098432 19810626**Priority number(s):** US19800211557 19801201**Also published as:**

EP0053222 (A1)



US4290904 (A1)



EP0053222 (B1)

Report a data error here

Abstract not available for JP57096099

Abstract of corresponding document: **US4290904**

A transparent low alkalinity bar soap based on a tetrakis (hydroxyalkyl) ethylene diamine having the formula wherein R is hydrogen or an alkyl group having one to four carbon atoms and n is one to four. The soap is prepared by adding the tetrakis (hydroxyalkyl) ethylene diamine to a mixture of caustic soda, saponifiable fatty oil, water and a polyhydric alcohol, either before or after saponification, followed by addition of one or more superfatting agents as well as other ingredients designed to affect the properties of the bar for humectant, surfactant and perfuming purposes.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57—96099

⑤ Int. Cl.³
C 11 D 9/30
13/00

識別記号

庁内整理番号
7419—4H
7419—4H

④ 公開 昭和57年(1982)6月15日

発明の数 4
審査請求 未請求

(全 7 頁)

⑭ 透明石けん組成物

① 特 願 昭56—98432

② 出 願 昭56(1981)6月26日

優先権主張 ③ 1980年12月1日 ④ 米国(US)
③ 211557

⑦ 発 明 者 マックスウエル・エイチ・ポツ
パー
アメリカ合衆国カリフォルニア
州ウエストミンスター・ハーバ
ード・アベニュー5311

⑦ 発 明 者 エリック・ジュンガーマン
アメリカ合衆国アリゾナ州フェ
ニックス・ノース・セントラル
・アベニュー2323

① 出 願 人 ニュートロジーナ・コーポレー
ション
アメリカ合衆国カリフォルニア
州90045ロサンゼルス・ウエス
ト96ス・ストリート5755

④ 代 理 人 弁理士 鈴江武彦 外2名

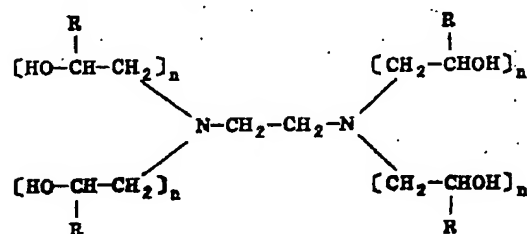
明 細 書

1. 発明の名称

透明石けん組成物

2. 特許請求の範囲

(1) 脂肪酸のけん化により製造されたナトリ
ウム石けんと、一般式



(式中、Rは水素又は炭素原子数1～4のア
ルキル基、nは1～4である。)

を有するテトラキス(ヒドロキシアルキル)エ
チレンジアミンと、多価アルコールと、脂肪酸
過脂剤とを含有する低アルカリ性固形透明石け
ん組成物。

(2) 約10～30重量%の牛脂、ヤシ油およ
びヒマシ油の混合物のけん化により製造された

ナトリウム石けんと、約5～20重量%の
N,N,N',N'-テトラキス(2-ヒドロキシプロ
ピル)-エチレンジアミンと、約10～40重
量%の前記ジアミンの溶媒としてのプロピレン
グリコールと、約6～16重量%のステアリン
酸からなる過脂剤と、約5～10重量%のアニ
オン又は両性界面活性剤と、約6～15重量%
の添加水とを含有し、前記ヒマシ油は前記油脂
混合物の約10～30重量%であり、牛脂とヤ
シ油との重量比は約50:50～約85:15
である固形透明石けん組成物。

(3) 水酸化ナトリウム溶液と、この水酸化ナ
トリウムと反応してナトリウム石けんを生成す
るけん化可能な脂肪酸と、テトラキス(ヒドロ
キシアルキル)エチレンジアミンと、多価アル
コールと、水とを混合する工程、前記油脂と水
酸化ナトリウムとをけん化する工程、および前
記けん化混合物に脂肪酸過脂剤を加える工程を
具備する固形透明石けん組成物を製造する方法。

(4) 水酸化ナトリウムと、この水酸化ナトリ

ウムと反応してナトリウム石けんを生成するけん化可能な油脂と、多価アルコールと、水とを混合する工程、前記油脂と水酸化ナトリウムとをけん化する工程、けん化混合物にテトラキス(ヒドロキシアルキル)エチレンジアミンを加える工程、およびけん化混合物に脂肪酸過脂剤を加える工程を具備する固形透明石けん組成物の製造方法。

(5) 前記けん化前に混合物に水が加えられる特許請求の範囲第4項記載の方法。

(6) 前記多価アルコールはけん化工程中に存在する特許請求の範囲第4項記載の方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、低アルカリ性固形透明石けん組成物に関する。

本明細書における「透明石けん」とは、広範囲の色彩および光沢を有するものを含むが、棒状の化粧石けんタイプのもを透して有効に見ることが出来る程度に充分透明なものを言う。

様々の透明石けんが製造されている。その一

けんの製造法では、牛脂、ヤシ油およびヒマシ油から作られたナトリウム石けんがステアリン酸とオレイン酸のトリエタノールアミン石けんおよび過剰のアミンと混合される。アミン成分量および各成分の相対比のわずかな変化が透明性の損失に導く。

低アルカリ性は化粧石けんの望ましい特徴であり、最近の化粧石けんの幾つかはこの特徴を有している。石けんが長鎖高分子量カルボン酸のアルカリ金属塩であるとき、たとえ固形石けん中に測定可能なアルカリが存在しないとしても、約10のpHを有するであろう。トリエタノールアミンのようなアルコールアミンを石けんに加えることにより実質的に非アルカリ性の石けんが得られることは公知である。なお、10重量%の水溶液で7.5～9.0のpHを有する石けんは、実質的に非アルカリ性であると考えることが出来る。

商業上受け入れられるためには、透明石けんは、起泡性、堅固性、硬さ、融和性、最小のヌ

般的な技術は、「ニートソープ」又は「セミマイルドソープ」、又は冷却法により製造された石けんにグリセロール、グリコール、砂糖等の多価アルコールを添加することに基づいている。他の方法は、石けんをアルコールに溶解して塩不純物を除去し、その後大部分のアルコールを蒸発させることからなる。米国特許第3,562,167号には、石けん、多価アルコール、および界面活性剤としてアルキルフェノールのポリアルコキシエーテルからなる配合から形成された透明石けんについて記載されている。米国特許第3,903,008号には、石けん、多価アルコールおよび両性イミダゾリン洗浄剤の配合による透明石けんの製造について記載されている。また、米国特許第3,793,214号および第3,926,808号には、側鎖脂肪酸を用いて製造された透明石けんについて記載されている。更にまた、米国特許第3,864,272号には、複雑かつ精巧な機械的石けん加工法について記載されている。

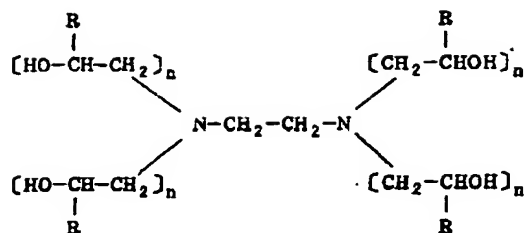
米国特許第2,820,768号に記載された透明石

ラッシュ性、低いバックグランド臭気、および使用の際の安全性のような良好な棒状石けん特性を有している必要がある。また、どんなエージング条件の下でもその透明性を保持していなければならない。

本発明の目的は、そのような特性を備えた低アルカリ性透明石けん組成物を提供することにある。

本発明は、実質的に非アルカリ性の固形透明石けんの製造に他のクラスのアミンを用いることが可能であるとの発見に基づいている。好ましい成分比は、異なっているが、トリエタノールアミンの使用に基づく組成と同様に臨界的である。

特に有用なクラスのアミンは、以下の式を有するテトラキス(ヒドロキシアルキル)エチレンジアミンである。



(式中、Rは水素又は1～4の炭素原子数のアルキル基、nは1～4である。)

上述のジアミンは、分子量1700を有している。それは、脂肪酸と溶媒としての多価アルコールのけん化により製造された透明ナトリウム石けんと結合される。

特に、カセイソーダとけん化可能な油脂とを混合すると、反応の結果、石けん、水および多価アルコールが生成する。ジアミンは、けん化の前又は後に加えることが出来る。けん化後には、過脂剤、好ましくは飽和又は不飽和、直鎖又は側鎖の1種以上の $\text{C}_{12} \sim \text{C}_{18}$ 脂肪酸を加えなければならない。そのような脂肪酸としては、ステアリン酸、オレイン酸、イソステアリン酸、

の石けん組成物に用いられるものである。しかし、上述の所望の質を有する透明石けんを製造するためにジアミンと配合する場合に或る基本成分を用いることが必要である。

基本成分の1つは、油脂のけん化により製造されたナトリウム石けんである。油脂は、牛脂、ヤシ油およびヒマシ油の混合物を含むものであるのが特に好ましい。牛脂単独が使用された場合、マイルドな石けんが得られるが、それは最も望ましい泡特性を有していない。一方、ヤシ油は優れた泡特性を提供するが、単独で使用された場合、得られた石けんはかなり荒いものである。ヒマシ油成分は、最終製品である棒状石けんの結晶化を防げるのに役立つリシノール酸ナトリウムを形成することにより、透明性の促進を助ける。ヒマシ油成分が油脂混合物の約10～30重量%であり、牛脂とヤシ油の重量比が50:50～85:15のときに、最適な特性を有する石けんが得られる。

石けんは、カセイソーダによるけん化により

および牛脂脂肪酸、水素化牛脂脂肪酸、ヤシ脂肪酸等の牛脂又はヤシ油から誘導された脂肪酸がある。特に好ましい脂肪酸は、任意のオレイン酸とともにステアリン酸である。他成分は公知の補助剤であり、補助剤としては、グリセリンのような保湿剤、起泡増進剤および安定剤、キレート化合物、および香水等がある。けん化可能な油脂としては、好ましくは、以下に述べるような所定の比率の牛脂、ヤシ油およびヒマシ油の混合物がある。混合物は、良く混ざり合うまで攪拌され、加熱される。

後に他の例についても示すが、テトラキス(ヒドロキシアルキル)エチレンジアミンとしては、コードロール(Quadrol)の商標で市販されている化合物、N,N,N',N'-テトラキス(2-ヒドロキシプロピル)-エチレンジアミンが最もよい。このジアミンは、新規な透明石けん組成物のためのベースを構成する。このジアミンは約5～20重量%の濃度で他の成分と一緒にされるが、そのすべては様々な目的で他

上記油脂混合物から得られる。得られた石けんはアルカリ性であり、そのためマイルドな化粧石けんとして直接使用するには適さない。このようにして製造されたナトリウム石けんは、充分に配合された本発明の透明石けんの約10～30重量%を構成する。

次に、(a)過剰のカセイソーダを中和するため、および(b)過脂剤として作用させるために、1種又はそれ以上の脂肪酸が加えられる。4重量%までのオレイン酸を有するステアリン酸からなる過脂剤が最終石けん重量の約6～16重量%、好ましくは12～14重量%のときに、優れた棒状石けんが得られることが見出された。

他の基本成分は多価アルコールであり、この物質はジアミンのための溶媒として作用し、また透明性実現のための臨界成分でもある。そのような多価アルコールとして、例えば、グリセリン又はグリコール等がある。特に好ましい多価アルコールはピロピレングリコールであり、これは単に溶媒として役立つだけでなく、最終

石けんにおける湿潤剤としても作用し、マイルドであり、皮膚に安全に使用できる。プロピレングリコールは従来の石けん配合物に使用されてきたが、その使用は主として化粧品としての価値に対するものであった。一方、本発明におけるプロピレングリコールの使用目的は、ジアミンの溶媒として役立たせること、および透明性をもたらす助けとすることである。この点について、ジアミンはけん化前又はけん化後のいずれかに加えることが出来るが、どの場合でもけん化工程はプロピレングリコールの存在下で実施されねばならない。プロピレングリコールは、カセイソーダと油脂の混合物を希釈又は濃縮するための希釈剤として役立つ。

最終棒状石けんの硬さおよび透明度はその全含水量に大きく依存しているので、他の重要な成分は水である。この配合物においては幾つかの水の源があり、例えばカセイソーダ溶液中の水、およびけん化反応により生成された水がある。生成される量以上の水が必要であることが

加えることも望ましい。最終棒状石けんの透明性および泡立ち性に影響があるので、界面活性剤の選択は重要である。好ましい界面活性剤は、酸化アミンを含むアニオン又は両性界面活性剤である。特定の界面活性剤が適切かどうかを決定するには、単に無計画的に実験を行なうだけで充分である。この点について、例えばラウリンジメチルアミノオキシドのようなアミノオキシドが優れた界面活性剤であることがわかった。添加し得る他の成分として、ラウリンジエタノールアミド又はヤンジエタノールアミドのような起泡増進剤および泡安定剤、エチレンジアミンтетラ酢酸 (EDTA) のようなキレート剤、着色剤、酸化防止剤および香料がある。なお、キレート剤は、硬水中に存在する鉄、マグネシウムおよび他のイオンのような金属イオンをキレート化するのに役立つ。それらの金属イオンは、キレート剤が無い場合にはテトラキス (ヒドロキシアルキル) エチレンジアミンと結合するか、又は脂肪酸の不溶性塩を形成する傾向を

わかっている。棒状石けん中の水分量は配合中の棒状石けんへの水の添加により制御することが出来る。一般に、すべての水の源からの (その場で形成されない) 水の添加量が6%未満の場合に、時間の経過とともに結晶を形成する、即ち透明性を失う傾向にある非常に硬い棒状石けんが生じ、約15%を超えると、非常に柔い棒状石けんが得られる。

顧客の使用に好適な最終棒状石けんを生成するために、好ましくはけん化の後に、化粧品の分野で一般的な様々の他成分を添加することが出来る。この点に関して、保湿剤および湿潤剤として作用する約4~10重量%のグリセリンを添加することが出来る。水溶性皮膚軟化剤又はスクンコンディショナー、例えば、Lanexol AWS (商標) のようなアルコキシル化されたモノリンを添加することも可能である。特定の皮膚軟化剤は、何らかの適度特性をも有する。

石けんの泡特性を増加させるために、約5~10重量%の1種又は2種以上の界面活性剤を

持つであらう。

本発明の透明石けんの製造における主要な反応は、少なくともある程度の多価アルコール溶媒の存在下における、カセイソーダと油脂とのけん化反応である。けん化前、けん化中、又はけん化後に、テトラキス (ヒドロキシアルキル) エチレンジアミンを添加することが出来る。このように、製造の1つの態様では、テトラキス (ヒドロキシアルキル) エチレンジアミンとプロピレングリコールとが、油脂、カセイソーダおよび水と混合される。混合物は次いで90°~100℃に加熱され、完全なけん化が生ずるに充分な時間攪拌される。必要な時間は槽のサイズや攪拌のような物理的因子に依存するが、1/4~3時間である。けん化後残りの成分が添加されるが、好ましい手順としては、最初に界面活性剤を加え、次いで残りの成分、最後に香料である。最後に香料が加えられるのは、単に最も揮発性に富む成分だからである。

他の手順では、カセイソーダとけん化可能な

油脂とが溶媒としての多価アルコールと一緒に、けん化が完了するまで加熱される。その後、テトラキス(ヒドロキシアルキル)エチレンジアミンが加えられ、次いで上述の他の成分が加えられる。どのケースでも、長期のエージング条件の下でも透明性を維持し、起泡性、堅牢さ、硬さ、皮膚への刺激の無さ、最小のスラッシングおよび低いベックグラウンド臭気のような良好な棒状石けん特性を有し、顧客の使用に安全な、透明かつ硬い石けん組成物が得られる。

以下の実施例は、本発明を更に例示するものである。

実施例 1 - 15

以下の配合組成は、すべて適切な石けん組成物を提供する。配合組成中の商標で示された成分を以下に示す。

商 標	販 売 元	一 般 名
Lenexol AWS	Croda, Inc.	ポリオキシエチレン(50)、 ポリオキシプロピレン(12)、 アルコキシヒタノリン
Hampene	W.B. Grace & Co.	エチレンジアミン テトラ酢酸
Carsamide Ca	Quad Chemical Corp.	ココミド(Cocamide) DEA
Ammonyx LO	Onyx Chemical Co.	ラウリルメチル アミノオキシド
Chemadene NA-30	Richardson Chemical Co.	ココミドプロピレングリコール
Solulan 98	Amerchol Corp.	アセチル化ポリオキシエチレン 誘導体、 ラノリン(EO:10モル)
Acylglutamate	味の素 USA, Inc.	アシル化グルタミン酸の 二ナトリウム塩(アシル基 は、ヤシ油酸残基と 牛脂酸残基の混合物)
Igepon TO-42	GAF Corp.	ナトリウムN-ヤシ油酸- N-メチルタウレート

混合トコフェロールは酸化防止剤として役立つ。Neopruceillin Prime は Dragoco, Inc. から市

販されている。

	重 量 %				重 量 %				
	I	II	III	N	V	VI	VII	VIII	K
プロピレングリコール	19.5	19.5	19.5	19.5	19.50	19.50	19.50	19.50	19.50
コードロール(Quadrol)	10.0	10.0	10.0	10.0	4.50	4.50	4.50	4.50	4.50
ヒマシ油	4.5	4.5	4.5	4.5	6.10	8.30	6.10	8.30	8.30
牛脂	8.3	8.3	8.3	10.5	10.50	8.30	10.50	8.30	8.30
ヤシ油	8.3	8.3	8.3	6.1	8.10	8.20	8.10	8.30	8.30
カセイソーダ(50%)	8.3	8.3	8.3	8.1	21.00	21.00	20.00	10.00	10.00
ステアリン酸	13.1	10.0	10.0	10.0	3.10	3.10	3.10	3.10	3.10
オレイン酸	--	3.1	3.0	3.1	8.00	12.00	14.00	10.00	10.00
ラウリン/エタノールアミド	6.0	1.8	5.0	1.8	Carsamide CA	1.80	1.80	1.80	--
グリセリン	8.9	8.9	5.0	8.9	グリセリン	5.50	5.50	8.00	5.50
ラウリン/メチルアミノオキシド	2.6	10.0	5.0	10.0	Ammonyx LO	--	--	--	5.00
ラネクソール AWS	3.0	0.0	3.0	0.0	Lenexol AWS	--	--	--	3.00
Hampene 100 (EDTA)	1.0	--	--	--	水	11.90	7.80	6.90	10.50
フラグランス	--	0.7	0.5	0.6	Chemadene NA-30	--	--	--	5.00
酸化防止剤	0.1	0.1	0.1	0.1	フラグランス	--	--	--	0.70
脱イオン水	10.65	6.6	9.6	6.9					

	重 量 %					重 量 %	
	X	XI	XII	XIII		XIV	XV
コードロール	10.00	10.00	10.00	10.00	プロピレングリコール	15.50	15.50
プロピレングリコール	19.50	19.50	19.50	19.50	ヘキシレングリコール	4.00	4.00
ヒマシ油	4.50	4.50	4.50	4.50	コードロール	9.00	10.00
ヤシ油	8.30	8.30	8.30	8.30	ヒマシ油	4.50	4.50
牛脂	8.30	8.30	8.30	8.30	ヤシ油	8.30	8.30
カセイソーダ	8.30	8.30	8.30	8.30	牛脂	8.30	8.30
水	1.90	1.40	4.50	3.60	カセイソーダ	8.30	8.30
オレイン酸	3.10	--	3.10	3.10	脱イオン水	3.90	2.90
ステアリン酸	10.00	13.10	10.00	10.00	オレイン酸	3.10	3.10
Caramide CA	6.00	6.00	6.00	--	ステアリン酸	10.00	10.00
グリセリン	8.90	8.90	8.90	8.90	グリセリン	8.90	8.90
Ammonyx LO	6.50	6.50	6.50	6.50	Ammonyx LO	6.50	6.50
Lanexol AWS	1.50	3.00	3.00	3.00	Caramide CA	6.00	6.00
Hampene 100	--	1.00	--	--	Lanexol AWS	3.00	3.00
Neo-Prucellin Prime	1.00	--	--	--	フラグランス	0.70	0.70
混合トコフェロール	--	0.50	--	--			
粉液 98	1.50	--	--	--			
フラグランス	0.70	0.70	--	--			
アセトナートHS-2	--	--	3.00	--			
Igepon TC-42	--	--	--	5.00			

実施例 XV

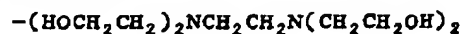
85 ml の 5.0 重量% 水酸化ナトリウムとプロピレングリコール 19.5 g 中 10.0 g の N,N,N',N'-タトラキス(2-ヒドロキシプロピル)-エチレンジアミンとの混合物中に、4.5 g のヒマシ油、8.3 g のヤシ油および 8.3 g の牛脂を加えた。混合物を攪拌しながら 100℃ で 60 分間加熱した。次いで 3.1 g のオレイン酸と 10.0 g のステアリン酸を混合物に加えた。その後、1.8 g のラウリンジエタノールアミド、8.9 g のグリセリン、10.0 g のラウリンジエチルアミンオキシド(40% 活性)、7 g の香料および 6.6 ml の水を 1 度に加えた。混合物を冷却して固化せしめ、次いで化粧石けん用に適切な棒状に切断した。この石けんの 10% 溶液は約 8.8 の pH を有していた。1/10 mm 目盛、1.50 g 重量の精密科学針入度計を用いた硬さは 10.5 であった。

実施例 XVI-XX

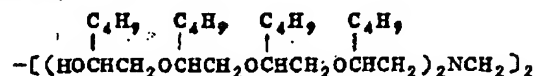
実施例 V の N,N,N',N'-タトラキス(2-ヒ

ドロキシプロピル)エチレンジアミンの替りに以下のジアミンを等量用いて実施例 V と同様の試験を繰返した。

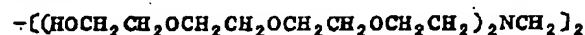
実施例 XVI



実施例 XVII



実施例 XVIII



実施例 XIX



どの場合にも、実質的に非アルカリ性の pH を示す化粧用に適切な透明棒状化粧石けんを製造することが出来た。

実施例 XX

4.5 g のヒマシ油、10.5 g の牛脂、6.1 g のヤシ油および 19.5 g のプロピレングリコールの配合物を 4.0.5 g の水酸化ナトリウムを含

む50%のアルカリ濃縮水溶液と混合した。混合物を攪拌しながら100℃で90分間加熱した。けん化が完了した後、100gのN,N,N',N'-テトラキス(2-ヒドロキシプロピル)エチレンジアミンおよび131gのステアリン酸を加え、けん化された石けん混合物と混合した。18gのラウリンジエタノールアミド、89gのグリセリン、100gのラウリンジエチルアミンオキシド(40%)および6gの香料を加え、この順に混合した。次いで混合物を棒状の型に流し込み、冷却させた。得られた透明棒状体は、実質的に非アルカリ性であり、化粧用に好適であった。

出願人代理人 弁護士 鈴 江 武 彦